

PN JP2001192818-A

TI Inner wall layer for thin film forming apparatus used in integrated circuit manufacture, is formed with waveform-like surface by removing unnecessary portions of metal or alloy film on surface of inner wall layer

AE NIKKO GOULD FOIL KK (NIKK-Non-standard)

GA 2001-650540

AB NOVELTY - The unnecessary portions of the metal or the alloy film on the surface of the inner wall layer of thin film forming apparatus is removed, to form waveform-like surface.

USE - Inner wall layer of thin film forming apparatus such as sputtering apparatus used for forming magnetic film coating for magnetic recording media, thin film coating for diffusion barrier, electrode of integrated circuit, ITO transparent electrically conductive film of liquid crystal display device.

ADVANTAGE - Peeling of inner wall layer surface is prevented effectively, without contaminating the interior of the thin film forming apparatus and hence generation of particle inside the thin film forming apparatus is prevented.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is also included for manufacturing method of inner wall layer of thin film forming apparatus.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows a cross-section of surface of inner wall layer during etching process.

DC L03 (Electro-(in)organic, chemical features of electrical devices); U11 (Semiconductor Materials and Processes)

MC L04-D02; U11-C01A1; U11-C01B

IP C23C-014/34; H01L-021/203; H01L-021/205

PD	Patent Number	Publ. Date	Main IPC	Week	Page Count	Language
	JP2001192818-A	17 Jul 2001	C23C-014/34	200175	Pages: 9	

AD	JP2001192818-A	JP000600	06 Jan 2000
----	----------------	----------	-------------

PI	JP000600	06 Jan 2000
----	----------	-------------

ER

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-192818

(P2001-192818A)

(43) 公開日 平成13年7月17日 (2001.7.17)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-リ-ト* (参考)
C 2 3 C 14/34		C 2 3 C 14/34	A 4 K 0 2 9
H 0 1 L 21/203		H 0 1 L 21/203	S 5 F 0 4 5
// H 0 1 L 21/205		21/205	5 F 1 0 9

審査請求 未請求 請求項の数16 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2000-600 (P2000-600)

(22) 出願日 平成12年1月6日 (2000.1.6)

(71) 出願人 591007880

株式会社日鉄マテリアルズ

東京都港区虎ノ門2丁目10番1号

(72) 発明者 大橋 建夫

茨城県北茨城市翠川町白鳩187番地4 株

式会社日鉄マテリアルズ磯原工場内

(72) 発明者 宮下 博仁

茨城県北茨城市翠川町白鳩187番地4 株

式会社日鉄マテリアルズ磯原工場内

(74) 代理人 100093298

弁理士 小越 勇 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 薄膜形成装置用部材及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 薄膜形成装置内部を汚染させることなく、薄膜形成装置の内壁や装置の内部にある機器部材表面に形成された堆積物の剝離を効果的に防止し、パーティクルの発生を抑制する薄膜形成装置用部材及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、薄膜形成物質の飛来する方向に平行な波形の凹凸を備えている薄膜形成装置用部材、及び薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、薄膜形成物質の飛来する方向に平行な波形の凹凸が形成されるようにマスキングし、次にこれをエッチング加工した後、前記マスキングを除去して複数の波形の凹凸を形成する薄膜形成装置用部材の製造方法。

(2)

特開2001-192818

1

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、薄膜形成物質の飛来する方向に平行な波形の凹凸を備えていることを特徴とする薄膜形成装置用部材。

【請求項2】 凹凸の間隔が一定であり、規則的に配列されていることを特徴とする請求項1に記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項3】 凹凸の周期が1~1000 μ mであることを特徴とする請求項2に記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項4】 凹凸の周期が10~500 μ mであることを特徴とする請求項2に記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項5】 凹凸の高さ（「波高」、以下同様）が10~500 μ mであることを特徴とする請求項1~4のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項6】 凹凸の高さが20~200 μ mであることを特徴とする請求項1~4のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項7】 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分の部材が、金属または合金から構成され、該金属または合金部材のEPMA分析による酸素、窒素および炭素などのガス成分元素を除く汚染物質元素の検出面積の和が単位面積当たり0.1%未満であることを特徴とする請求項1~6のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項8】 波形の凹凸の方向が、薄膜形成物質の飛来する方向に平行 $\pm 45^\circ$ の範囲内にあることを特徴とする請求項1~7のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材。

【請求項9】 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、薄膜形成物質の飛来する方向に平行な波形の凹凸が形成されるようにマスクングし、次にこれをエッチング加工した後、前記マスクングを除去して複数の波形の凹凸を形成することを特徴とする薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項10】 凹凸の間隔が一定であり、規則的に配列されていることを特徴とする請求項9に記載する薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項11】 凹凸の周期が1~1000 μ mであることを特徴とする請求項10に記載する薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項12】 凹凸の周期が10~500 μ mであることを特徴とする請求項10に記載する薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項13】 凹凸の高さが10~500 μ mであることを特徴とする請求項9~12のそれぞれに記載する

薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項14】 凹凸の高さが20~200 μ mであることを特徴とする請求項9~12のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項15】 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分の部材が、金属または合金から構成され、該金属または合金部材のEPMA分析による酸素、窒素および炭素などのガス成分元素を除く汚染物質元素の検出面積の和が単位面積当たり0.1%未満であることを特徴とする請求項9~14のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材の製造方法。

【請求項16】 波形の凹凸の方向が、薄膜形成物質の飛来する方向に平行 $\pm 45^\circ$ の範囲内にあることを特徴とする請求項9~15のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、成膜中にパーティクルの発生が少ない薄膜形成装置用部材及びその製造方法に関する。なお、本明細書において、特に区別して記載しない限り上記薄膜形成装置用部材はターゲットを含むものとする。

【0002】

【従来の技術】近年、集積回路の電極や拡散バリア用薄膜、磁気記録媒体用磁性薄膜、液晶表示装置のITO透明導電膜などの多くに気相成長による薄膜形成技術が使用されている。気相成長法による薄膜形成技術には、熱分解法、水素還元法、不均等化反応法、プラズマCVD法等の化学的気相成長法、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンビーム法等の物理的気相成長法、さらには放電重合法等がある。特に、気相成長法の一つであるスパッタリング法は上記のような広範囲な材料に適用でき、また薄膜形成の制御が比較的容易であることから広く利用されている。このスパッタリング法は周知のように、荷電粒子によりスパッタリングターゲットを衝撃し、その衝撃力により該ターゲットからそれを構成する物質の粒子をたたき出し、これをターゲットに対向させて配置した、例えばウエハ等の基板に付着させて薄膜を形成する成膜法である。

【0003】上記のスパッタリングなどの気相成長による薄膜の形成に際し、パーティクルの発生という問題が大きく取り上げられるようになってきた。このパーティクルは、例えばスパッタリング法におけるターゲット起因の物について説明すると、ターゲットをスパッタリングした場合、薄膜は基板以外に薄膜形成装置の内壁や内部にある部材などいたるところに堆積する。そして該薄膜形成装置内にある部材等から剥離した薄片が直接基板表面に飛散して付着することがパーティクル発生の要因であると考えられている。この他、ターゲット表面に

(3)

特開2001-192818

3

はターゲット側面や薄膜形成装置内にある部材等から剥離した薄片が核となって発生すると考えられているノジュールと呼ばれる異物が直径数 μm 程度に成長する。そしてこのようなノジュールはある程度成長した時点で破砕し、基板表面に飛散して付着することがパーティクル発生の一要因であると考えられている。そして、上記のようなパーティクルが基板上の細い配線などに堆積すると、例えばLSIの場合は配線の短絡や逆に断線を引き起こすなどの問題を生ずる。

【0004】最近では、LSI半導体デバイスの集積度が上がる(16Mビット、64Mビットさらには256Mビット等)一方、配線幅(ルール)が0.25 μm 以下になるなどより微細化されつつあるので、上記のようなパーティクルによる配線の断線や短絡等といった問題が、より頻発するようになった。このように電子デバイス回路の高集積度化や微細化が進むにつれてパーティクルの発生は一層大きな問題となってきたのである。

【0005】上記に述べたようにパーティクル発生の原因の一つとして薄膜形成装置の内壁や内部に存在する部材の、本来ならば膜の形成が不要である部分への薄膜の堆積の問題が大きく上げられる。具体的には基板の周辺部、シールド、バックングプレート、シャッター、ターゲットおよびこれらの支持具などへの堆積である。

【0006】上記のように、 unnecessaryな薄膜の堆積があったところから、この膜が剥離、飛散しパーティクルの発生原因となるので、これらの堆積物が厚くなり、剥離する前に薄膜形成装置の内壁や基板の周辺部、シールド、バックングプレート、シャッター、ターゲットおよびこれらの支持具などを定期的にクリーニングするかまたは交換する手法がとられた。また、多量に堆積する部材(機器)の部位には一旦付着した薄膜が再び剥離、飛散しないように、金属溶射皮膜を形成したり(特開昭61-56277号、特開平8-176816号参照)、プラスト処理などの物理的な表面粗化処理を施して堆積物を捕獲しておくという手段がとられた(特開昭62-142758号参照)。

【0007】さらにまた、上記のような作業は薄膜形成の作業能率を低下させる原因と考えられたので、堆積物が剥離・飛散しないように捕獲する防着板という取り外し可能な板が考案され、さらにこの板の熱膨張係数を変えたり、板の表面にサンドブラスト処理やヘヤライン処理をするなどの工夫がなされた(特開昭63-162861号、特開平2-285067号、特開平3-138354号参照)。これらの中では、特別な表面処理を施した、いわゆるパーティクルゲッターが当時の技術の中ではパーティクルの発生を効果的に防止する画期的なもの(特開平1-316456号、特開平3-37357号参照)であった。

【0008】しかしながら、最近では上記のように配線ルールの微細化によりコンタクトホールやビアホールの

4

アスペクト比が3以上と大きくなり、その結果、従来のスパッタリング方式ではこれらのホールの穴埋めが困難になってきた。このためコーリメーションスパッタリング、ロングスローなどの高い指向性のスパッタリングが登場し、これらのスパッタリングでは投入電力が従来の2倍以上という大電力である。このためスパッタリング時に形成されるプラズマの密度およびその広がりが増大し、プラズマ近傍に位置するシールド、コーリメーター、ターゲットなどは薄膜の堆積と同時にこれらの表面層もスパッタリングされるようになった。

【0009】上記の堆積物が剥離、飛散しないように捕獲しておく手段として装置の内壁や機器に直接あるいは防着板の上に、金属溶射皮膜やプラスト処理を施したものは、金属溶射皮膜についてはそれ自体が、またプラスト処理が施されたものについては部材に残存するプラスト材が、特にスパッタリング開始初期にスパッタリングされ、スパッタリング装置内部全体を汚染させてしまうという問題を生じた。また上記の防着板単独の場合でもそれ自体が厚みを有するので、取り付け箇所には限界があるし、また上記のようにスパッタリング投入パワーが著しく増大した場合には、金属溶射皮膜やプラスト処理材と同様の問題を生じた。

【0010】このように、パーティクル発生は依然として存在し、またパーティクルの発生を防止しようとして採用された金属溶射皮膜やプラスト処理などの手段あるいはこれらを施した防着板などはかえって薄膜の汚染の原因になるという極めて重要な問題を発生した。このことから、本発明人は薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、エッチングによって多数の凹凸(例えば半球状の)を形成した薄膜形成装置用部材を提案した(特開平10-330971号参照)。この発明は装置内部の汚染がなく、パーティクルの発生を効果的に抑制できる画期的のものであったが、堆積する膜や層にややばらつきがあり、これが内部歪を誘発してパーティクルの発生の原因となることが分かり、本発明はこれを防止するために、さらに改良したものである。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、薄膜形成装置内部を汚染させることなく、薄膜形成装置の内壁や装置の内部にある機器部材表面に形成された堆積物の剥離を効果的に防止し、パーティクルの発生を抑制する薄膜形成装置用部材及びその製造方法を提供することにある。

【0012】

【課題を解決するための手段】本発明は、

1 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、薄膜形成物質の飛来する方向に平行な波形の凹凸を備えていることを特徴とする薄膜形成装置用部材

(4)

特開 2001-192818

5

2 凹凸の間隔が一定であり、規則的に配列されていることを特徴とする上記 1 に記載する薄膜形成装置用部材

3 凹凸の周期が $1 \sim 1000 \mu\text{m}$ であることを特徴とする上記 2 に記載する薄膜形成装置用部材

4 凹凸の周期が $10 \sim 500 \mu\text{m}$ であることを特徴とする上記 2 に記載する薄膜形成装置用部材

5 凹凸の高さが $10 \sim 500 \mu\text{m}$ であることを特徴とする上記 1～4 のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材

6 凹凸の高さが $20 \sim 200 \mu\text{m}$ であることを特徴とする上記 1～4 のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材

7 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分の部材が、金属または合金から構成され、該金属または合金部材の E P M A 分析による酸素、窒素および炭素などのガス成分元素を除く汚染物質元素の検出面積の和が単位面積当たり 0.1% 未満であることを特徴とする上記 1～6 のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材

8 波形の凹凸の方向が、薄膜形成物質の飛来する方向に平行 $\sim \pm 45^\circ$ の範囲内にあることを特徴とする上記 1～7 のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材。、を提供する。

【0013】本発明はさらに、

9 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、薄膜形成物質の飛来する方向に平行な波形の凹凸が形成されるようにマスキングし、次にこれをエッチング加工した後、前記マスキングを除去して複数の波形の凹凸を形成することを特徴とする薄膜形成装置用部材の製造方法

10 凹凸の間隔が一定であり、規則的に配列されていることを特徴とする上記 9 に記載する薄膜形成装置用部材の製造方法

11 凹凸の周期が $1 \sim 1000 \mu\text{m}$ であることを特徴とする上記 10 に記載する薄膜形成装置用部材の製造方法

12 凹凸の周期が $10 \sim 500 \mu\text{m}$ であることを特徴とする上記 10 に記載する薄膜形成装置用部材の製造方法

13 凹凸の高さが $10 \sim 500 \mu\text{m}$ であることを特徴とする上記 9～12 のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材の製造方法

14 凹凸の高さが $20 \sim 200 \mu\text{m}$ であることを特徴とする上記 9～12 のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材の製造方法

15 薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分の部材が、金属または合金から構成され、該金属または合金部材の E P M A 分析による酸素、窒素および炭素などのガス成分元素を除く汚染物質元素の検出面積の和が単位

6

面積当たり 0.1% 未満であることを特徴とする上記 9～14 のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材の製造方法

16 波形の凹凸の方向が、薄膜形成物質の飛来する方向に平行 $\sim \pm 45^\circ$ の範囲内にあることを特徴とする上記 9～15 のそれぞれに記載する薄膜形成装置用部材の製造方法。、を提供する。

【0014】

【発明の実施の形態】本発明者らは、上記目的を達成すべく鋭意研究を行った結果、次のような知見が得られた。すなわち、従来の金属溶射皮膜は被溶射物に密着し易く、かつスパッタリングによる堆積物の応力を吸収できるニッケルやアルミニウムなどの比較的軟質の金属が用いられるが、いずれの溶射用金属原料も純度が $2N$ 程度とレベルが低いため薄膜形成装置用部材などに溶射した場合、そのまま汚染につながる。またブラスト処理では、通常使用されるアルミナや炭化珪素などのブラスト材の形状が粒状または針状のため被ブラスト材に食い込み、表面に残存するので、このような異物は薄膜形成の初期にスパッタリングされ、薄膜形成装置内を広く汚染し最悪の場合には、基板上のスパッタリング薄膜すらも汚染してしまうということになることが分かった。

【0015】そこで、このような問題を解決するため、上記の通り、薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、エッチングによって多数の凹凸（半球状の）を形成した薄膜形成装置用部材を提案した。このエッチング加工により表面の清浄度を保ち、かつ表面を粗化させることで十分な堆積物の密着強度が達成できるばかりでなく、薄膜形成装置の内壁や装置の内部に配置されている機器（部材）に形成した凹凸（半球状の）は、表面積を著しく増加させて単位面積当たりの堆積量を減少させ、また堆積量の増大に伴う内部応力の上昇を抑制して堆積物の亀裂および剥離を著しく低減させた。そしてこれにより、部材などに堆積した薄膜の剥離、飛散を防止して、パーティクルの発生を防止できる大きな効果が上げられた。

【0016】ところが、この方法による場合、一つの欠点があることが見出された。それは薄膜形成物質（例えばスパッタ粒子）が特定方向に飛来するため、堆積量の多いところと少ないところが出てくることである。すなわち、ターゲットの非エロージョン部やその他の機器（部材）等に形成した半球状の凹凸に陰影ができるため、スパッタ粒子の飛来する方向に面しているところがより多く堆積し、逆に影の部分には全く堆積しないか又はその堆積量が少ないという現象が起きた。この結果、堆積膜に不均一な歪を生じて堆積膜の剥離の原因となり、これがパーティクル発生の原因となることが分かった。このため、これをさらに改善する必要が生じた。

【0017】本発明は上記に鑑み、薄膜形成装置の内壁

50

(5)

特開2001-192818

7

または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、薄膜形成物質の飛来する方向に平行な波形の凹凸が形成されるようにマスクングし、次にこれをエッチング加工した後、前記マスクングを除去し複数の波形の凹凸を形成するようにして、上記の欠点を克服したものである。ターゲットの表面の一部や側面の非エロージョン部にも、薄膜形成物質の不要な粒子の堆積が生ずるので、ターゲットの表面にも同様の波形の凹凸を形成する。したがって、本発明の薄膜形成装置用部材は、当然このスパッタリングターゲットを含む。薄膜形成物質の飛来する方向は、例えば円盤状のスパッタリングターゲットを使用して円形にエロージョン部が形成される場合について説明すると、スパッタ粒子の飛来方向は、基板に向かってほぼ面の直上（対面する方向）へ飛来するものと及び側方へ飛来するものについては放射方向に飛来する。すなわち基板に向けて飛来するもの以外の不必要なスパッタ粒子の大部分は前記放射方向の側方に飛来する粒子である。

【0018】これ以外に、ランダムに予測不能な方向への飛来粒子も若干存在するが、本発明ではそれらを無視し、大部分のスパッタ粒子の方向が特定される方向を意味する。スパッタリング装置ではターゲットの形状により、また他の薄膜形成装置においても粒子の飛来方向が特有の飛来跡を示す場合もあるが、これは経験的に容易に把握できるものである。上記の通り、円盤形のターゲットにおいてエロージョン部が円形の場合は、不必要なスパッタ粒子の飛来方向の大部分が、放射方向すなわちエロージョン部の接線に対してほぼ直角方向に飛来する。また楕円形のエロージョン部が形成される場合も同様にエロージョン部の接線に対してほぼ直角方向に飛来する。このように、不必要なスパッタ粒子の飛来方向を事前に容易に予想できる。

【0019】本発明は薄膜形成装置の内壁または装置内にある部材の一部の面または全面の不要な薄膜の堆積が生ずる部分に、薄膜形成物質の飛来する方向に平行な波形の凹凸、すなわち表面波形の溝又は畝（うね）の方向が薄膜形成物質の飛来する方向に平行であるように形成する。これによって、表面積を著しく増加させて単位面積当たりの堆積量を減少させ、また堆積量の増大に伴う内部応力の上昇を抑制できるだけでなく、堆積膜への陰影部分を無くし、これによって堆積物の亀裂や剥離を著しく低減させ、パーティクルの発生を効果的に抑制することが可能となった。また、必ずしも波形の凹凸の方向が平行であるだけでなく、表面波形の溝又は畝（うね）の方向が薄膜形成物質の飛来する方向に平行 $\pm 45^\circ$ の範囲内にあれば、特に支障なくパーティクルの発生を抑制することができる。一つの例を挙げると、例えば円盤状のターゲットを用いてスパッタリングする場合でエロージョン部が円形となる場合には、該ターゲットの表面の非エロージョン部に放射状の波形の凹凸を形成す

8

る。この形状は末広りの波形となる。また、露出しているターゲットの側部は、前記表面波形の凹凸の延長線上に、同様にターゲットの厚み方向に波形の凹凸を形成する。回り込みによって飛来するスパッタ粒子の頻度は少ないが、それらの粒子をこの波形部によって、容易に捕獲することができ、パーティクルの発生をより効果的に抑制することができる。

【0020】この非エロージョン部等の波形はエッチング加工することを得ることが望ましい。このエッチング加工により、同時に非エロージョン部等の表面を清浄化することができ、汚染物質の発生を抑制することができるからである。また、これにより堆積物と被処理面との界面に汚染層がないので、従来のZrO₂などによるプラストによる粗化处理よりも、はるかに密着性が向上する。凹部または凸部のアンカー効果による密着力をより十分に持たせるためには、エッチング加工により形成された凹部または凸部の間隔が一定であり、規則的に配列されていることが望ましい。このようにすることにより、薄膜の堆積が均一となる可能性を増加させ、アンカー効果による密着力を効果的に発現させることができる。

【0021】表面積を著しく増加させ、堆積物に対する凹部または凸部のアンカー効果による密着力を十分に持たせるためには、凹凸の周期が $1 \sim 1000 \mu\text{m}$ であることが望ましく、さらにはこの凹凸の周期が $10 \sim 500 \mu\text{m}$ であることがより好ましい。また、同様凹凸の高さが $10 \sim 500 \mu\text{m}$ であることが、望ましく、さらにはこの凹凸の高さが $20 \sim 200 \mu\text{m}$ であることより好ましい。上記それぞれの下限値未満では凹部または凸部のアンカー効果が少なく、また上記それぞれの上限値を超えると、不均一な堆積となり易く凹部または凸部のアンカー効果が有効に働かず、剥離が生じやすいためである。上記下限値または上限値を外れる場合も、使用できないわけではなく、これらを排除するものではないが、効果が少なくなることを意味する。また、上記の通り、表面波形の溝又は畝（うね）の方向が薄膜形成物質の飛来する方向に平行 $\pm 45^\circ$ の範囲内にあれば、効果的にパーティクルの発生を抑制することができる。一般に、多くの場合飛来粒子の進入方向は平行ではなく、ある広がりをもっているのが普通であり、この広がり範囲は各種成膜プロセスの条件や堆積位置により異なっているため、厳密に規定できないことが多い。しかし、上記のような場合でも、平行 $\pm 45^\circ$ の範囲内にあれば、効果的に粒子を捕捉しパーティクルの発生を抑制できる。但し、飛来粒子の進入方向が殆ど平行な場合には、波形の凹凸（溝又は畝）の方向が平行であるのが、最も効果的であることは言うまでもない。

【0022】薄膜形成装置の内壁または装置内部にある部材の不要な薄膜の堆積を生ずる部分の部材を構成する材料には純度の高い金属または合金材を使用することが

50

(6)

特開2001-192818

9

望ましい。特に、EPMA (Electron Probe Micro Analyzer) 分析によって得られる酸素、窒素、炭素などの軽元素（ここではガス成分と総称する）を除く汚染物質元素の検出面積の和が、前記金属または合金材の単位面積当たり0.1%未満とするのが好ましい。上記部材の汚染物質の量をこの程度にまで下げると、成膜時の基板上への汚染物質の堆積は著しく減少する。

【0023】上記の通り、本発明では薄膜形成物質の飛来する方向に平行な波形の凹凸が形成されるようにマスクングし、次にこれをエッチング加工した後、前記マスクングを除去して複数の波形の凹凸を形成するのが、より好ましい凹凸の形成方法であるが、マスクング材としては当然のことながら耐エッチング性があるもので、かつエッチング加工後の洗浄で容易に除去できるものであればよく、特に限定する必要はない。一例として、例えば一般に電子回路を形成するために使用する光硬化型のレジストを使用することができる。

【0024】図1にその例を示す。(A)は処理前の被処理材の断面、(B)は被処理材の表面にレジストを塗布した断面、(C)はエッチング加工を施して被処理材の一部を除去した断面、(D)はエッチング加工後レジストを除去した被処理材の断面を示すそれぞれの概略説明図であり、(A)～(D)に工程順に配列したものである。この図1に示すように、例えばチタン(Ti)製の被処理材1に光硬化型のレジスト2を粗化する面に均一に塗布し、次いで硬化させたいレジストの部位に光を当てて硬化させる。その後、硬化させなかった部位のレジスト2を洗浄除去する。

【0025】次に、下地の素材すなわち被処理材1とレジスト材2に応じて、酸性水溶液もしくはアルカリ水溶液または反応性ガスなどのエッチング材を選択する。そしてレジスト材2を塗布した被処理材1を前記選択したエッチング雰囲気置き、レジスト2が残存する場所以外をエッチング加工3して表面に凹凸を形成する。表面の粗化の状態はマスクングする部位の個々のサイズと単位面積当たりの凹部または凸部の数および使用するエッチング加工材の組成および反応時間により調整する。図2に被処理材にエッチング加工により波形凹凸を形成した平面(A)および断面(B)の模式図を示す。この図2に示すように、エッチング加工により形成した凹凸

10

は、間隔が一定であり規則的に配列されている。

【0026】また凹部または凸部の断面形状は、円形、楕円形あるいは矩形など種々のものを選択できる。エッチング加工によっては意図する形状よりもやや変形したものも発生することがあるが、複雑で陰影ができるようなものを除き、これらの形状を特に制限するものではなく、これらの種々のものを包含する。上記エッチング加工で凹凸の形成を述べたが、マスクングおよびエッチングにより、部材などの表面に凹部のみを形成した場合もあるいは凸部のみを形成した場合も、飛来する物質を捕獲するアンカー効果は殆ど同じなので、必要に応じ凹凸は適宜選択できる。

【0027】

【実施例】スパッタリング装置内に、本発明の実施例である表1に示す各種の表面粗化を施した（凹凸を形成した）チタン製シールド（部材）を配設した。本実施例では凹凸の間隔を一定とし、規則的に波形の凹凸を配列したものである。スパッタリングターゲットとしてチタンを用い窒素ガス雰囲気中でリアクティブ（反応性）スパッタリングを行い、基板に窒化チタン(TiN)の薄膜を形成した。前記チタン製シールドに約10μmのTiNが堆積した時点で、スパッタリングを終了し、スパッタリング装置からチタン製シールドを取出しスコッチテープによる剥離試験を行なった。なお、エッチング加工による波形の凹凸の種類による差があるかどうかを確認するために、凹凸の種類を変えて同数の試験片を作成し、剥離試験に供した。なお、表1において凹凸のサイズとは、上記に説明した凹部または凸部の周期と高さを示す。また同時に、基板に形成されたTiNの薄膜の前記チタン製シールドからくる表面粗化による汚染の有無をSIMS（二次イオン質量分析法）により分析した。なお、チタン製シールド（部材）については、予めEPMA分析によって得られる酸素、窒素、炭素などのガス成分を除く汚染物質元素の検出面積の和を測定した。なお、EPMA分析装置は、島津製作所製EPMA-8705を使用し、加速電圧：15KV、プローブ径：1μm、サンプルカレント：0.04μAの測定条件で実施した。この結果を表1にまとめて示す。

【0028】

【表1】

40

(7)

特開2001-192818

11	EFMA A分析	角度	凹凸の周期 (μm)	凹凸の高さ (μm)	剥離試験 剥離有無	SIMS 分析結果
実施例1	<0.1	0°	1	50	無し	検出無し
実施例2	<0.1	0°	200	50	無し	検出無し
実施例3	<0.1	0°	500	50	無し	検出無し
実施例4	<0.1	0°	1000	50	無し	検出無し
実施例5	<0.1	0°	200	10	無し	検出無し
実施例6	<0.1	0°	200	500	無し	検出無し
実施例7	<0.1	30°	200	50	無し	検出無し
実施例8	<0.1	45°	200	50	無し	検出無し

【0029】

【比較例】比較例として表2に示す各種の表面粗化を施したチタン製シールド（部材）を配置し、同様の条件でスパッタリングにより基板に窒化チタン（TiN）の薄膜を形成するとともに、前記チタン製シールドに約10 μm のTiNが堆積した時点で、スパッタリングを終了し、スパッタリング装置からチタン製シールドを取出しスコッチテープによる剥離試験を行なった。また、実施例と同様に、基板に形成されたTiNの薄膜の前記チタン製シールドからくる表面粗化による汚染の有無をSIMS（二次イオン質量分析法）により分析した。チタン製シールド（部材）については、予めEFMA分析によ

って得られる酸素、窒素、炭素などのガス成分を除く汚染物質元素の検出面積の和を測定した。なお、EFMA分析は実施例の場合と同様の条件で行なった。この結果を表2にまとめて示す。なお、この表2でエッチング加工により波形の凹凸を形成していないもの、すなわち砥石研削あるいは溶射皮膜を形成したものについては、凹凸のサイズ（径 μm ）および凹凸の個数（個/ mm^2 ）を表示する替わりに、その旨を欄中（ ）内に記した。なお、ここで凹凸のサイズとは、凹部の孔の平均径または凸部の平坦な頂部の面の平均径を示す。

【0030】

【表2】

	EFMA A分析	角度	凹凸の周期 (μm)	凹凸の高さ (μm)	剥離試験 剥離有無	SIMS 分析結果
比較例1	<0.1	0°	200	8	有り	検出無し
比較例2	<0.1	0°	200	500	有り	検出無し
比較例3	0.1 Si	—	Si砥石研削		有り	Si検出
比較例4	0.0 SS1	—	SiC砥石研削 +ソフトエッチ		有り	検出無し
比較例5	2Si	—	SiCプラスト表面粗化		有り	Si検出
比較例6	100 Al	—	Al溶射		有り	Al検出
比較例7	<0.1	0°	0.5	50	有り	検出無し
比較例8	<0.1	0°	1500	50	有り	検出無し
比較例9	<0.1	60°	200	50	有り	検出無し
比較例10	<0.1	90°	200	50	有り	検出無し

【0031】次に、上記本発明の実施例を比較例と対比して説明する。表1に示すように、実施例1～10においてチタン製シールド（部材）のEFMA分析によって得られる酸素、窒素、炭素などのガス成分を除く汚染物質元素の検出面積の和はいずれも0.1%未満であり、基板に形成されたTiNの薄膜の前記チタン製シールドからくる表面粗化による汚染の有無をSIMS（二次イオン質量分析法）により分析した結果、いずれも汚染物質元素は検出されなかった。他方、比較例3、5および6に示すように、チタン製シールド（部材）をSi砥石研削したもの、SiCプラスト表面粗化したものおよび

Al溶射したものについては、それぞれEFMA分析によりその主要材料であるSiおよびAlが検出され、また基板においてもSIMS分析結果において、上記材料のSiおよびAlが検出され、スパッタリング後に同材料で汚染されていた。すなわち砥石研削、プラスト表面粗化および溶射は基板を汚染し好ましくないことが分かる。なお、比較例4はSi砥石研削後ソフトエッチング処理をしているので、基板への汚染物質は検出されなかった。

【0032】次に剥離試験の結果であるが、実施例1～8は、凹凸の周期が1～1000 μm 、凹凸の高さ

(8)

特開2001-192818

13

(「波高」)が10~500 μ m、波形の凹凸の方向が、薄膜形成物質の飛来する方向に平行 $\pm 45^\circ$ の範囲内にある例であるが、いずれも剥離は生じなかった。これに対し、比較例1~10のいずれも剥離試験の結果、簡単に剥離を生じた。比較例3、5および6については、さらに砥石やプラスト材あるいは溶射材が汚染物質となる問題を生じた。また、波形の凹凸の方向が、薄膜形成物質の飛来する方向に平行 $\pm 45^\circ$ の範囲内にある本発明の実施例では、剥離は全くなかったが、比較例9および10に示すように、この範囲を逸脱する場合には、剥離が認められた。なお、本発明実施例において、エッチング加工による凹または凸の種類を変えて全て同数テストしたが、本発明の凹凸の条件にあれば、この凹凸の種類による剥離性に差がなかった。

【0033】以上の本発明の実施例においては比較例との対比からも明かなように、粗面化のために従来施されていた薄膜形成装置の内壁や内部機器上のプラスト材あるいは溶射材に起因する汚染物質がなくなり、また上記のような部材に堆積する材料からの剥離やそれによる飛散が著しく減少するので、基板に形成された配線材料などの薄膜形成品におけるパーティクルの発生が大きく減少するという優れた効果があることが分かる。

【0034】なお、本発明については主としてスパッタリング方法および装置について説明したが、この例に限らず他の気相成長による薄膜形成装置(PVDあるいは*

14

*CVD等)に適用することができる。また、本発明は上記の例に基づいて説明したが、あくまでこれは一例にすぎず本発明の要旨を逸脱しない範囲において適宜変更し得るものである。そして、本発明はそれらを全て包含するものである。また、本発明と他のパーティクル発生防止方法・装置、例えばランダムに飛来する個所には、上記に述べた半球状の凹凸を形成したパーティクル発生防止方法・装置を併用するなど、パーティクル発生個所に応じて本発明を適宜採用することができる。

10 【0035】

【発明の効果】薄膜形成装置内部を汚染させることなく、薄膜形成装置の内壁や装置の内部にある機器部材表面に形成された堆積物の剥離を効果的に防止し、パーティクルの発生を抑制することができる優れた効果を有する。

【図面の簡単な説明】

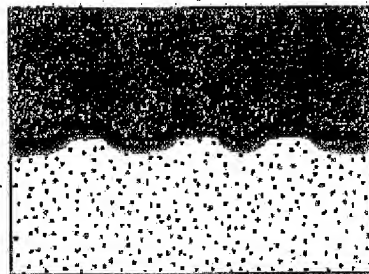
【図1】エッチング加工の一例を示す工程の概略説明図である。

【図2】被処理材にエッチング加工により凹凸を形成した平面および断面の模式図である。

【符号の説明】

- 1 被処理材
- 2 レジスト材
- 3 エッチング加工部

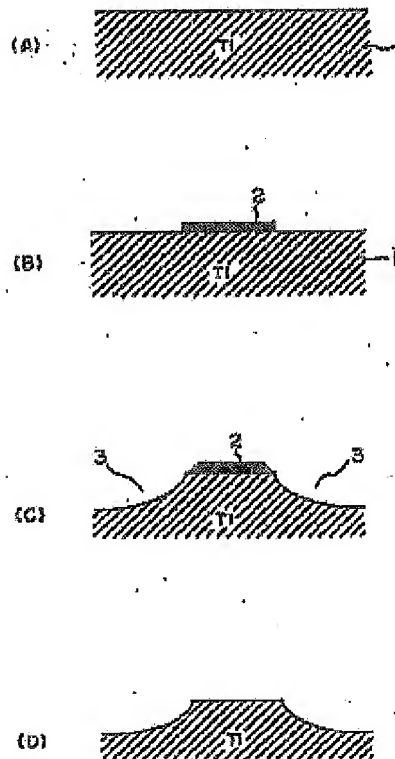
【図2】



(9)

特開2001-192818

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 高橋 秀行

茨城県北茨城市華川町白場187番地 4 株
 式会社日鉱マテリアルズ磯原工場内

Fターム(参考) 4K029 AA02 BA60 CA05 DA09 DA10

5F045 AA19 AB40 BB15 EC05 HA12

5F103 AA08 BB22 BB25 DD30 RR10